

Союз Советских
Социалистических
Республик



Государственный комитет
СССР
по делам изобретений
и открытий

О П И С А Н И Е ИЗОБРЕТЕНИЯ

(11) 833254

К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

(61) Дополнительное к авт. свид. ву —

(22) Заявлено 15.03.79 (21) 2747320/28-13

(51) М. Кл.³

с присоединением заявки № —

A 61 K 35/78

(23) Приоритет —

Опубликовано 30.05.81. Бюллетень № 20

(53) УДК 615.45:
615.5(088.8)

Дата опубликования описания 31.05.81

(72) Авторы
изобретения

В. А. Пасешниченко, А. Р. Гусева и М. Г. Борихина

(71) Заявитель

Ордена Ленина институт биохимии им. А. Н. Баха АН СССР

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ДЕЛЬТОНИНА

1 Изобретение относится к химико-фармацевтической промышленности и касается производства лекарственных стероидных препаратов.

Известен способ получения дельтонина путем экстракции корневищ дельтовидной дюоскореи этанолом, отгонки спирта, центрифugирования и очистки [1].

Однако данный способ является трудоемким и выход целевого продукта незначителен, он составляет лишь 1,2%.

Цель изобретения — повышение выхода 10 целевого продукта и упрощение процесса.

Поставленная цель достигается тем, что способ получения дельтонина осуществляют путем экстракции корневищ дельтовидной дюоскореи этанолом, отгонки спирта, центрифugирования и очистки, при этом предварительно перед экстракцией проводят автоФерментацию сырья в воде при 35—40°C.

Пример. К 100 г высушенных измельченных корневищ дюоскореи добавляют 200 мл воды, все это перемешивают и оставляют при 37° на 24 ч. К смеси добавляют 525 мл этанола (96%-ого), перемешивают, настаивают при 20 20° 24 ч, периодически встряхивая, фильтруют с отсасыванием через бумажный

фильтр на воронке Бюхнера. Остаток с фильтра переносят в колбу для экстракции и повторно извлекают 500 мл 70%-ого этанола. Оба фильтрата объединяют, отгоняют в роторном испарителе при 30—40° в бане и остаточном давлении 20—30 мм до полного удаления спирта. Водный остаток (~150—200 мл) оставляют при 4° на 24 ч, при этом дельтонин выпадает в осадок. Центрифугированием при 5000 об/мин отделяют осадок, промывают его водой (30—40 мл), затем сухим ацетоном (40—50 мл), высушивают при 50—60° в сушильном шкафу и измельчают в ступке.

Измельченный препарат (7—9 г) помещают в круглодонную колбу с нормальным шлифом и кипятят с n-бутанолом, насыщенным водой (5—6 раз со 100 мл), каждый раз отсасывая в горячем виде через бумажный фильтр на воронке Бюхнера. Фильтраты объединяют, сгущают до 1/5 первоначального объема и выдерживают при 4° 2—3 ч для более полной кристаллизации дельтонина. Кристаллический осадок, дельтонина отделяют на стеклянном фильтре № 2 с отсасыванием, высушивают сначала в вакуум-экскаторе, а затем в сушильном шка-

фу при 105° 2 ч. Навеску дельтонина (~10 мг) растворяют в 50 мл 70%-ного этанола, оставляя на 20 ч для более полного растворения. С 1 мл раствора дельтонина проводят цветную реакцию, добавляя к нему сначала 2 мл концентрированной H_2SO_4 , а затем 1 мл 1%-ного раствора формальдегида. Через 45–60 мин измеряют малиновую окраску раствора на приборе ФЭК–М с зеленым светофильтром и вычисляют по калибровочному графику содержание диосгенина в дельтонине. Если содержание диосгенина отличается от рассчитанного по теории (46,0%) более, чем на 1%, то проводят повторно кристаллизацию из н-бутилола, насыщенного водой.

Выход кристаллического дельтонина из ферментированных корневищ составляет в среднем 3% (в зависимости от содержания гликозидносвязанного диосгенина в корневищах, которое подвержено значительным колебаниям в течение вегетационного сезона).

Предлагаемым способом неоднократно получают кристаллический препарат дельтонина с т. пл. 290–92°, $[\alpha]_D -98,7^\circ$ (с 1, пиридин). Содержание в нем диосгенина состав-

ляет 46–46,5%. Методом тонкослойной хроматографии в системе хлороформ–метанол–вода (65:35:10) в этом препарате не обнаружено примесей других органических соединений, в том числе других сапонинов. Предлагаемый способ позволяет увеличить выход дельтонина в 2 раза, существенно упростить процесс получения и стандартизировать препарат по содержанию диосгенина.

Формула изобретения

Способ получения дельтонина путем экстракции корневищ дельтовидной дискоренции этанолом отгонки спирта, центрифугирования и очистки, отличающийся тем, что, с целью повышения выхода целевого продукта и упрощения процесса, предварительно перед экстракцией проводят автоферmentation сырья в воде при температуре 35–40°C.

Источники информации,

принятые во внимание при экспертизе

1. Пасечникова В. А. Прикладная биохимическая микробиология. ч. 2. М., «Медицина», 1978, с. 94.

Редактор М. Митровка
Заказ 3845/4

Составитель С. Малютина
Техред А. Бойкас
Тираж 687

Корректор С. Шомак

Подписано

ВНИИПП Государственного комитета СССР
по делам изобретений и открытий
113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5
Филиал ППП «Патент», г. Ужгород, ул. Проектная, 4
ППП «Патент» Зак. 3603